ベンゼン中の微量窒素種の分析

技術概要

緒言

ベンゼン中の微量窒素種の仕様は、より選択性の高い処理触媒によって決定されることが少なくなりつつあります。分析研究機関はこの傾向に後れを取らず、これらの微量種を高感度で測定できるメソッドを開発する必要があります。多くの場合で、他の微量種からの干渉により、水素炎イオン化検出器 (FID) などの汎用検出器の使用は不可能になります。代わりに、必要な感度だけでなく、特異性の情報を得るためにも、化学発光窒素検出器が必要とされます。

この技術概要では、アセトニトリル、モルホリン、1-メチル-2-ピロリドン、4-ホルミルモルホリンなどを含む高純度ベンゼン中で検出される微量窒素種の測定を説明します。

考察

多くの場合、FID などの汎用検出器を用いて、ベンゼンのような芳香族溶媒中の窒素種を測定することが可能です。しかし、低濃度の窒素種または硫黄種の測定を試みる場合、これらの種の分離が困難で、他の微量種が干渉する恐れがあります。このときに、化学発光検出器が良い分析ソリューションを提供します。

Agilent 255 化学発光窒素検出器 (255 NCD) は、炭化水素干渉を受けることなく、この分析に必要な感度を実現します。

図 1 では検出器の選択性を説明します。ここでは、ベンゼンが 99 パーセント以上を占めるサンプル中でも、ベンゼンからのレスポンスは観察されません。図 2 では、対象濃度範囲の窒素 (モルホリン) に対する直線性を説明します。

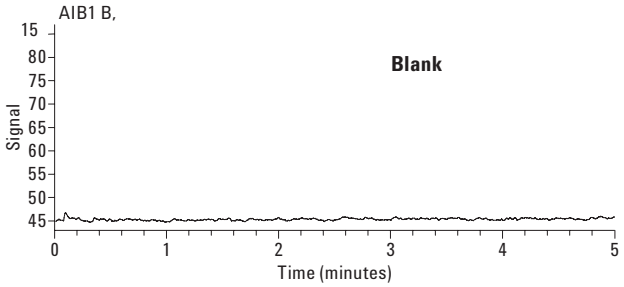

図 1. ブランクのベンゼン Agilent 255 NCD 分析。
このクロマトグラムは、炭化水素干渉がないことを示しています。注: 約 20 秒に、少量のアセトニトリルが見られます。

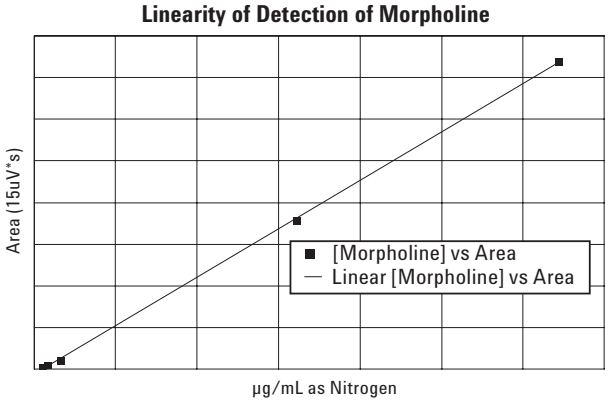

図 2. モルホリンに対するレスポンスの直線性は、255 NCD の有益な機能を説明しています。

255 NCD は、ほぼすべての市販 GC (ガスクロマトグラフ) に設置することが可能です。製品品質やプロセス計測のために使用されている既存の GC に 255 NCD を設置するのが望ましいです。ほとんどの場合、検出器を既存の機器に第 2 チャンネルとして簡単に追加することが可能です。一方、異なる測定パラメータ用に検査ステーションを別々にしておくことを好む研究機関もあります。

一般的に、微量の窒素化合物は分析が困難で、ほとんどのカラムに吸着するためにテーリングが見られます。そのため、窒素種、その濃度、分離に使用されるカラムに応じて、テーリングはすべての検出器で観察されることになります。それでもなお、255 NCDでは、ベンゼン中の ppm や ppm 未満の微量窒素種を高感度に検出することが可能です。

図 3 には、窒素濃度 0.5ppm での化合物の良好な S/N 比を示します。実際に、この技術概要に記載された操作条件を用いて、0.2 ppm 程度の低濃度窒素を検出することができました。大容量注入などの特殊技術を用いることで、さらに低い検出濃度を達成することができました。この技術は、ベンゼンより高い沸点を持つ化合物に対してのみ適用できます。

この濃度ではピーク形状がわずかながら向上しています。さらに高い濃度では、さらに良好なピーク形状が観察されています。より厚い膜厚や塩基不活性化処理されたカラムを用いると、ピーク形状は一般的に改善されることが分かりました。テーリングは積分の真度や精度を確実に制限しますが、これらの低濃度でも、なおも良好な再現性がすべての種に対して観察されました (0.5 ～ 1 ppm の濃度で約 10 %RSD)。

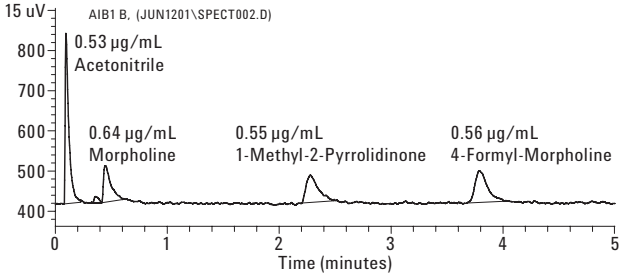

図 3. 窒素濃度が約 0.5 ppm でのベンゼン中の微量窒素種のクロマトグラム。

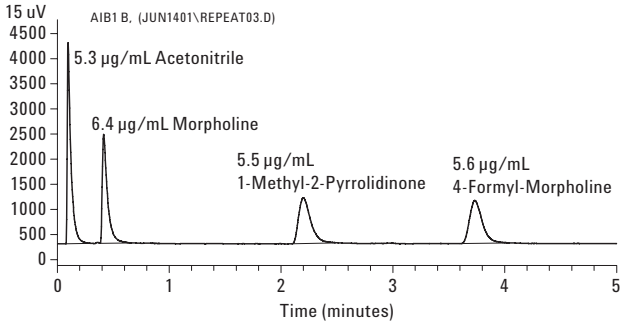

図 4. 窒素濃度 5 ～ 6 ppm でのベンゼン中の微量窒素種のクロマトグラム。

操作条件

GC

温度:	50 °C定温
ヘリウムキャリアガス:	7.4 mL/min
カラム:	10 m、HP-1 内径 0.53 mm 膜厚 2.65 mm
スプリット注入:	1:4
インジェクタ温度:	220 °C
注入量:	2 mL

検出器

バーナー温度:	800 °C
水素:	20 mL/min
酸素:	14 mL/min

詳細情報

アジレント製品とサービスの詳細については、アジレントのウェブサイト www.agilent.com/chem/jp をご覧ください。

アジレントは、本資料に誤りが発見された場合、また、本資料の使用により付随的または間接的に生じる損害について一切免責とさせていただきます。また、本資料掲載の機器類は薬事法に基づく登録を行っておりません。

本資料に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。著作権法で許されている場合を除き、書面による事前の許可なく、本資料を複製、翻案、翻訳することは禁じられています。

© Agilent Technologies, Inc. 2007

Printed in Japan
May 21, 2007
5989-6774JAJP

Agilent Technologies